

помощью дифрактометра ДРОН-6 в $\text{Cu K}\alpha$ излучении. Методом термогравиметрии, в атмосфере воздуха, в интервале температур 25-1100 °С, были найдены зависимости содержания кислорода в перовскитах $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и $\text{GdBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ от температуры. Для получения образцов $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и $\text{GdBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ с различным содержанием кислорода проводили их закалку с температур 500, 700, 900 °С на воздухе, температуры закалки выбраны исходя из данных полученных в ходе термогравиметрического анализа. Содержание кислорода в полученных образцах контролировали окислительно-восстановительным титрованием. Было установлено, что содержание кислорода в закаленных образцах практически совпадает с равновесным количеством при всех температурах закалки.

Энтальпию образования оксидов $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и $\text{GdBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ измеряли методом калориметрии растворения, используя калориметр Нернста. Для этого определяли тепловые эффекты растворения оксидов $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и $\text{GdBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и хлоридов: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{GdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 5.72\text{H}_2\text{O}$, $\text{PrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в растворе, содержащем соляную кислоту и иодид калия. Затем, комбинируя полученные тепловые эффекты растворения оксидов и хлоридов металлов, находили энтальпию образования оксидов $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и $\text{GdBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$.

В результате были получены зависимости содержания кислорода в оксидах $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ и $\text{GdBaCo}_2\text{O}_{6-\delta}$ в интервале температур 25-1100 °С на воздухе и рассчитаны их энтальпии образования как функции кислородной нестехиометрии.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 гг.».

ТВЕРДОФАЗНЫЙ СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ТАНТАЛАТОВ СВИНЦА

Бикметова М.А., Камаева М.А., Подкорытов А.Л., Штин С.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19, корп. 3

Контроль содержания свинца в объектах окружающей среды является важной экологической задачей. Источниками выброса этого элемента являются химическая и добывающая промышленность. В результате воздействия свинца на организм человека угнетается синтез белков, в том числе гемоглобина, и активность ферментов. Исходя из этого необходимы надежные и экспрессные методы контроля содержания свинца в окружающей среде.

Многие из существующий методов определения свинца имеют ряд недостатков (низкую селективность, длительность проведения анализа и т.д.). Одним из экспрессных и надежных методов анализа является ионометрия, развитие которой связано с внедрением новых ионоселективных электродов в практику потенциометрического анализа.

Целью данной работы является синтез, изучение физико-химических свойств танталатов свинца и апробация данных веществ в качестве мембран для Pb-СЭ электродов.

В результате твердофазного синтеза были получены 6 танталатов свинца состава: $\text{PbTa}_4\text{O}_{11}$, PbTa_2O_6 , $\text{Pb}_3\text{Ta}_4\text{O}_{13}$, $\text{Pb}_2\text{Ta}_2\text{O}_7$, $\text{Pb}_5\text{Ta}_4\text{O}_{15}$, $\text{Pb}_3\text{Ta}_2\text{O}_8$. В качестве исходных веществ были взяты оксид свинца и оксид тантала (V). Температурно-временной режим синтеза выбран с учетом температур плавления и летучести исходных веществ. Начальная температура составила 600°C , конечная - 1200°C , общее время синтеза около 50 часов.

После завершения синтеза проведен РФА, результаты которого свидетельствуют об однофазности полученных образцов.

Изучена электропроводность танталатов. Наибольшей проводимостью обладают фазы $\text{Pb}_3\text{Ta}_2\text{O}_8$ и $\text{PbTa}_4\text{O}_{11}$.

Проведен анализ химической устойчивости образцов. Наиболее устойчивыми в кислых средах оказались $\text{PbTa}_4\text{O}_{11}$ и PbTa_2O_6 .

На основе наиболее перспективных танталатов изготовлены свинецселективные электроды для апробации их в ионометрии. Определены основные электрохимические характеристики электродов: рабочий диапазон pH, интервал линейности, характер и крутизна основной электродной функции. Для ионоселективного электрода на основе $\text{PbTa}_4\text{O}_{11}$ при использовании матрицы из полистирола (ПС) и поливинилхлорида (ПВХ) наблюдается достаточно широкий интервал pH, где потенциал не зависит от кислотности раствора.

Калибровку исследуемых электродов проводили в растворах нитрата свинца (II) в интервале концентраций $10^{-9} - 10^{-1}$ моль/л. Наилучшими характеристиками в катионной области обладают электроды на основе матрицы ПВХ. Линейность основной электродной функции соблюдается в интервале $10^{-9} - 10^{-5}$ моль/л, рабочая область $\text{pH}=2.8 - 4.3$.

В работе изучена воспроизводимость основных электрохимических характеристик ионоселективных электродов.

НИР выполнена при поддержке Министерства образования и науки в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (ГК №П984 от 27 мая 2010).